



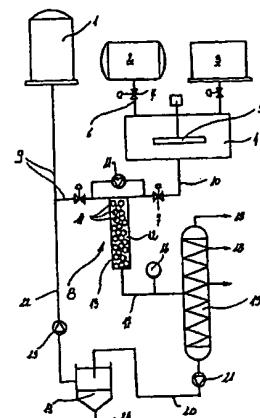
**PCT**  
**WELTOrganisation FÜR GEISTIGES EIGENTUM**  
**Internationales Büro**  
**INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE**  
**INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)**

<p>(51) Internationale Patentklassifikation 6 : C07C 67/03, 69/52, B01J 19/00</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 99/26913             (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 3. Juni 1999 (03.06.99)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT98/00284             (22) Internationales Anmeldedatum: 23. November 1998 (23.11.98)</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CU, CZ, EE, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SD, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p>
<p>(30) Prioritätsdaten: A 1990/97 24. November 1997 (24.11.97) AT A 1807/98 30. Oktober 1998 (30.10.98) AT</p>		<p>(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): EN-ERGEA HANDELSGMBH [AT/AT]; Wipplingerstrasse 31, A-1010 Wien (AT).             (72) Erfinder; und            (75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): ERGÜN, Nurhan [AT/AT]; Wipplingerstrasse 31, A-1010 Wien (AT). PANNING, Peter [AT/AT]; Hauptstrasse 21, A-7033 Pötzsching (AT).</p>
<p>Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></p>		

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING FATTY ACID METHYL ESTER AND EQUIPMENT FOR REALISING THE SAME  
 (54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON FETTSÄUREMETHYLESTER UND ANLAGE ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS

(57) Abstract

The present invention relates to a method and an equipment for producing fatty acid methyl ester, more particularly diesel fuel for vehicles, wherein said method allows for a rational production in economical equipment, preferably in large-scale industrial equipment. A container (1) contains saturated and unsaturated higher fatty substances from vegetal and/or animal origin. A tank (2) is provided for a potent alkaline solution, particularly a potassium solution, while another tank (3) is provided for the alcohol, particularly for methanol. The alkaline solution is dissolved in the alcohol and this operation is carried out in a mixing vessel (4). The container (1) containing the fatty substances and the mixing vessel (4) are connected at the transesterification section (8). The reaction or transesterification section (8) comprises a static mixer (12) that creates a whirlpool in the liquid due to the action of high or powerful turbulence. The phase separation surfaces are thus substantially increased so that chemical balance can be achieved more rapidly. The liquid which is at the chemical balance state is then supplied to a distillation unit (15). The target substances, such as the fatty acid methyl ester, are correspondingly removed from the stages (18) of the distillation unit (15). This invention enables for the first time the production of diesel fuel such as eco-diesel or bio-diesel in ecologically optimal conditions of production while maintaining all the advantages thereof.



(57) Zusammenfassung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Anlage zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere von Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, zu schaffen, das eine rationelle Herstellung in einer wirtschaftlich vertretbaren Anlage, vorzugsweise in einer industriellen Großanlage, erlaubt. Der Behälter (1) beinhaltet höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist ein Vorratsbehälter (2) für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein weiterer Vorratsbehälter (3) für den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter (4) erfolgt. Der Behälter (1) mit den Fetten und der Mischbehälter (4) sind mit der Umesterungsstrecke (8) verbunden. Die Umesterungsstrecke (8) besteht aus einem Statikmixer (12). Der Statikmixer (12) verwirbelt die Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert, so daß sich das chemische Gleichgewicht sehr rasch einstellt. Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird einer Destilliereinrichtung (15) zugeführt. Entsprechend den Stufen (18) der Destilliereinrichtung (15) werden die einzelnen Stoffe, wie eben der Fettsäuremethylester, abgezogen. Mit der Erfindung ist es erstmals möglich, Dieselkraftstoff, sogenannten ÖKO-Diesel oder Biodiesel, mit allen seinen Vorteilen unter optimalen ökologischen Produktionsbedingungen herzustellen.

**LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Amenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester und Anlage zur Durchführung des Verfahrens

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, wobei höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs mit einer Lösung von starken Laugen, insbesondere Kalilauge, in Alkohol, insbesondere in Methanol, versetzt werden und die beiden Komponenten in einer Reaktionsstrecke durch Emulgierung der Mischung über eine Grenzflächenreaktion, wobei die Fette in Fettsäuremethylester umgeestert werden, 10 ihren chemischen Gleichgewichtszustand erreichen und nach Erreichen des Gleichgewichtszustand die Rückstände, wie Triglyceride, Glycerin, Seife, nicht umgeesterte Fette u. dgl., vom Fettsäuremethylester getrennt werden sowie eine Anlage zur Durchführung des Verfahrens.

15 Derartige Verfahren sind bekannt, wobei die in Alkohol gelöste Lauge mit dem Fett bzw. Öl in einem Rührtank etwa 20 Minuten bis zu einer Stunde gerührt wird. Nach dem Rührvorgang lässt man die Mischung ruhen. Dieser Absetzvorgang dauert etwa 5-8 Stunden. Nach dem Absetzen wird die Glycerinphase abgezogen. Nun wird die 20 Flüssigphase gegebenenfalls wieder mit der Methanol-Kalilauge-Lösung versetzt und der Vorgang des Röhrens und Abziehens entsprechend wiederholt. Die umgeesterte Flüssigkeit wird anschließend mit Phosphorsäure, Zitronensäure oder andere Säuren neutralisiert, wobei sich dabei Seife und Kaliumsalze der Säuren absetzen. In manchen Fällen wird es auch mit Wasser gewaschen, wobei das Wasser die Seife, Kalilauge u. 25 dgl. aufnimmt. Diese Phase wird ebenfalls abgezogen. Anschließend können alle erdenklichen Reinigungsschritte durchgeführt werden. Auch der Verfahrensschritt Strippen ist möglich, wobei in einem Waschturm Luft im Gegenstrom zum Ester geführt wird. Als Nachteil dieses Verfahrens, dem ein Niederdruckumesterungsprozeß zugrunde liegt, ist die lange Herstellzeit zu werten. Abgesehen vom Rührvorgang sind in den 30 Absetzphasen lange Stillstandszeiten erforderlich. Darüber hinaus ist auch ein großer

Platzbedarf für die Behälter notwendig. Ebenfalls nachteilig hat sich der große statische Aufwand für die schweren Konstruktionen und Fundamente ausgewirkt.

Ein weiterer Nachteil des bekannten Verfahrens ist darin zu sehen, daß immer eine mehr  
5 oder minder große Verschmutzung des Kraftstoffes gegeben ist.

Aus der Literaturstelle in Falbe und Regitz, RÖMPP Chemie Lexikon, 9. erw. Aufl.,  
Bd.2, Georg Thieme Verlag Stuttgart-New York 1990, Seite 1343 ist ein Verfahren zur  
Herstellung von Fettsäuremethylester bekannt, bei dem nach Absetzung der Glycerin-  
10 Lösung in einem Seperator eine Destillation zur Reinigung und gegebenenfalls eine  
Fraktionierung des Methylesters durchgeführt wird. Ferner kann eine Erhöhung der  
Reaktionsgeschwindigkeit bei der Umesterung durch Temperaturerhöhung sowie durch  
alkalische oder saure Katalysatoren erreicht werden. Nachteilig bei diesem Verfahren  
ist, daß durch die Absetzphase im Seperator für die Glycerin-Lösung und auch die  
15 Möglichkeit der erhöhten Reaktionsgeschwindigkeit keine nennenswerte Verkürzung  
der Herstelldauer, wie sie aus dem obigen Stand der Technik bekannt ist, eintritt.

Ferner ist aus der AT-PS 398 777 ein Verfahren zur Reinigung von rohen  
Pflanzenölestern bekannt, wobei der Pflanzenölester durch alkalische Umesterung  
20 erhalten wird. Die Umesterung erfolgt mit Methanol im Überschuß, unter Zugabe von  
Kaliumhydroxid als Katalysator. Der rohe Pflanzenölester wird mit Wasserdampf  
behandelt, wobei eine Glycerinphase gebildet wird, die abgezogen wird. Bei diesem  
Verfahren wird zur Umesterung intensiv gerührt und der ausgetriebene Alkohol kann  
nach der Rückgewinnung durch eine Destillationskolonne wiederverwertet werden.

25 Es sind aber auch Verfahren bekannt, denen ein Hochdruckumesterungsprozeß  
zugrunde liegt. Dabei erfolgt die Umesterung in einem Autoklaven mit einer relativ  
kurzen Reaktionszeit. Der Nachteil derartiger Verfahren bzw. Anlagen liegt darin, daß  
eine wirtschaftliche Herstellung des Fettsäuremethylesters, also beispielsweise eines  
30 Dieselkraftstoffes für Fahrzeuge, absolut nicht möglich ist.

Darüber hinaus ist es auch bekannt, den Umesterungsprozeß in zwei Stufen durchzuführen. Dabei ist die quantitative und qualitative Ausbeute sicherlich höher als bei einer Umesterung in einem Arbeitsvorgang, jedoch ist auch hier eine Wirtschaftlichkeit nicht zu erzielen, da hohe Anlage- und Herstellkosten gegeben sind.

5

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Anlage zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere von Dieselkraftstoff für Fahrzeuge, zu schaffen, das einerseits die Nachteile der bekannten Verfahren vermeidet und das anderseits eine rationelle Herstellung in einer wirtschaftlich vertretbaren Anlage, vorzugsweise in einer industriellen Großanlage, erlaubt, aber auch Kleinanlagen in die Wirtschaftlichkeit bringt.

10

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke die Phasengrenzflächen der Mischung durch hohe bzw. starke, 15 dynamische Turbulenzen vergrößert werden.

15

Mit der Erfindung ist es erstmals möglich, Dieselkraftstoff, sogenannten ÖKO-Diesel oder Biodiesel, mit allen seinen Vorteilen unter optimalen ökologischen Produktionsbedingungen herzustellen. Durch die Erfindung werden positive 20 wirtschaftspolitische und ökologische Argumente geschaffen, die anregen, die Rolle von erneuerbarer Energie und Rohstoffen wieder intensiver zu überdenken.

25

Ein weiterer überraschender Vorteil ergibt sich durch die Erfindung, nämlich auch am Sektor der Abfallbeseitigung bzw. bei der Problemstoffentsorgung. Durch die Erfindung ist es auch möglich Altspeiseöl ökologisch wieder und weiter zu verwerten. Der Einsatz von Altspeiseöl ist beim erfindungsgemäßen Verfahren durch die hohe Reinheit der Endprodukte bedenkenlos möglich.

30

Mit der vorliegenden Erfindung wird die Möglichkeit geschaffen, die Reaktion durch die Vergrößerung der Grenzflächen und durch dynamische Vorgänge bei der

Umesterung zu beschleunigen. Durch die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen werden praktisch die Tropfen der Flüssigkeitsphasen wirksam verkleinert, wodurch also viel kleinere Tropfen entstehen, somit eine viel größere Oberfläche gegeben ist und das chemische Gleichgewicht schneller erreicht wird. Die Einstellung des Gleichgewichtes

5 beträgt mitunter weniger wie eine Minute. Daraus resultiert eine immense Verkürzung der Herstellzeit. Dieses erfindungsgemäße Verfahren ist jedoch nicht für das sogenannte Absetzverfahren geeignet, da die Absetzzeiten durch die feine Verteilung der Tropfen zu lange dauern würden.

10 Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch physikalische Kräfte, beispielsweise mechanische Scherkräfte erzeugt. Vorteilhaft ist dabei, daß durch die Scherkräfte, die durchaus mechanisch erzeugt werden können, viel stärkere Turbulenzen gegeben sind, die die Anzahl der Tropfen auf Kosten der Tropfengröße wesentlich erhöhen.

15 Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch einen Spaltemulsionsvorgang erzeugt. Durch die Spalte entsteht eine hohe Strömung der durchtretenden Flüssigkeit, die am Spaltende in hohe Turbulenzen bzw. Verwirbelungen übergeht. Diese Turbulenzen bzw.

20 Verwirbelungen führen zu einer Vergrößerung der Phasengrenzflächen.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch dynamische Emulgierung, beispielsweise über einen Turbulator, erzeugt. Auch in diesem Fall führen die Turbulenzen bzw. Verwirbelungen

25 zu einer Vergrößerung der Phasengrenzflächen der Mischung.

Entsprechend einer weiteren Ausführungsart der Erfindung werden die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch Kavitationsemulgation erzeugt. Mit diesem Verfahrensschritt ist eine weitere Verkürzung der Reaktionszeit zu erzielen, da diese

30 durch diese Optimierung nur mehr etwa 20 Sekunden beträgt.

WO 99/26913

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung werden die großen Phasengrenzflächen durch Ultraschall erzeugt. Mit einem Ultraschallgerät können in der Reaktionsstrecke ebenfalls große Grenzflächen erzeugt werden, durch eine weitere Teilung der Tropfen.

- 5    Entsprechend einer Weiterbildung der Erfindung wird die Umesterung unter hohem Druck durchgeführt. Durch den hohen Druck entsteht in den Verengungen der Reaktionsstrecke eine hohe Strömung, die wiederum am Ende der Verengung zu hohen Turbulenzen führt.
- 10    Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung beginnt die Umesterung unter hohem Druck und der Druck wird während der Umesterung abgebaut. Es ist erwiesen, daß die Länge der Reaktionsstrecke um so kürzer gewählt werden kann, je größer der Druckverlust ist. Es ist erwiesen, daß der Druckverlust zugunsten der Vergrößerung der Phasengrenzflächen geht. Vorteilhaft ist dabei, daß der Druck am Beginn der
- 15    Umesterung bis zu 200 bar betragen kann. Natürlich wird dadurch die Dynamik der Turbulenzen erhöht. Der Druckverlust wird im Laufe der Reaktionsstrecke in Grenzflächenvergrößerung und -dynamik verwertet.
- 20    Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates auf physikalischem Weg durchgeführt. Mit diesem vorteilhaften Verfahrensschritt ist eine Abtrennung der einzelnen Phasen der Mischung zu erreichen, wobei durch die mechanischen Einrichtungen, wie beispielsweise Filtrationsanlagen, die aus dem Stand der Technik bekannte Absetzphase nicht mehr durchgeführt wird und
- 25    durch rationelle, moderne Industriemethoden ersetzt wird.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung wird nach der Trennung der Phasen des Emulgates eine Reinigung des Fettsäuremethylesters durchgeführt. Prinzipiell kann durch diesen Verfahrensschritt reiner Fettsäuremethylester erzielt werden.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates unter Ausnützung der Oberflächenkräfte, insbesondere über eine Filtration durchgeführt. Durch diese Art der Trennung der Phasen der Mischung wird eine gute Wirtschaftlichkeit bei einer industriellen Herstellung erzielt.

5

Gemäß einer weiteren besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates über eine mehrstufige Filtration durchgeführt. Dabei fällt in der ersten Stufe die Glycerin-Phase und in einer zweiten Stufe die Triglyceride als Retendat an. In einer dritten Stufe wird das Methanol vom Fettsäuremethylester getrennt. Eine 10 derartige Filteranlage wird auch als Cross-flow Filter ausgeführt. Durch diesen vorteilhaften Verfahrensschritt können beliebig viele Stufen durchlaufen und die gewünschte Reinheit erzielt werden. So ist es durchaus denkbar, je nach Fettsäurekette, Sommer- oder Winterdiesel als ÖKO- oder Biodiesel herzustellen.

15

Nach einer Weiterbildung der Erfindung werden zur Filtrierung Filter aus der Membrantechnologie, beispielsweise aus dem Ultra- und/oder Nano- und/oder Mikrobereich, eingesetzt. Derartige Filter gewährleisten bei der heutigen Technologie einen einwandfreien Betrieb, wobei auch die Reinigung dieser Filter überaus einfach ist.

20

Entsprechend eines besonderen Merkmals der Erfindung werden lipophile und/oder hydrophile und/oder amphotere Filter eingesetzt. In Hinblick auf deren Aufgabe wird die Eigenschaft des Filters ausgewählt.

25

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung wird die Trennung der Phasen des Emulgates auf chemischen Weg durchgeführt. Auch ein derartiger Weg ist zur Trennung der Phasen vorteilhaft, wobei die aus dem Stand der Technik bekannten Absetzzeiten auf den Minutenbereich verkürzt werden.

30

Entsprechend einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird nach Einstellung des Gleichgewichtes, gegebenenfalls nach der Trennung der Phasen des Emulgates, eine

mehrstufige Destillation durchgeführt. Nach Erreichung des Gleichgewichtes kann direkt eine Destillation durchgeführt werden, wobei auch gleichzeitig Methanol entfernt wird. Es ist aber auch denkbar, die Destillation nach der Filtration durchzuführen.

5 Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Vakuumdestillation. Mit diesem vorteilhaften Verfahrensschritt ist eine gezielte Abtrennung der einzelnen Stoffe zu erreichen, wobei durch das Vakuum die Temperaturen, bei denen das Verfahren durchgeführt wird, heruntergesetzt werden können. Prinzipiell kann durch die Destillation reiner Fettsäuremethylester erzielt  
10 werden.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine Fallfilmverdampfung. Durch diese Art der Verdampfung wird eine effektivere Auftrennung der abzuscheidenden Stoffe  
15 erzielt.

Gemäß einer weiteren besonderen Ausgestaltung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine Dünnschichtverdampfung. Auch mit dieser Verdampfungsart ist eine gezielte  
20 Auftrennung der Stoffe zu erreichen.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung umfaßt die mehrstufige Destillation eine fraktionierte Kondensation. Durch diesen vorteilhaften Verfahrensschritt können beliebig viele Stufen durchlaufen und die gewünschte Reinheit erzielt werden. So ist es  
25 durchaus denkbar, je nach Fettsäurekette, Sommer- oder Winterdiesel als ÖKO- oder Biodiesel herzustellen.

Gemäß einem weiteren besonderen Merkmal der Erfindung werden die nicht umgeesterten Anteile separiert und vor der Reaktionsstrecke den Fetten wieder

zugeführt. Dadurch wird die Ausbeute an ökologischen Kraftstoff aus den eingesetzten Basisstoffen erhöht.

Die Aufgabe der Erfindung wird aber eigenständig auch durch eine Anlage zur Durchführung des Verfahrens gelöst. Die erfindungsgemäße Anlage ist dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Behälter für die Fette sowie je ein Vorratsbehälter für die starke Lauge und für den Alkohol bzw. mindestens ein Mischbehälter für deren Lösung vorgesehen sind und mindestens der Behälter und der Mischbehälter mit der Reaktionsstrecke verbunden sind und daß der Reaktionsstrecke eine Einrichtung zur Trennung der Phasen des Emulgates nachgeschaltet ist. Mit dieser erfindungsgemäßen Anlage ist es erstmals möglich, das erfindungsgemäße Verfahren effizient und mit einem verschwindend geringen Anteil an Umweltbelastung durchzuführen. Die erfindungsgemäße Anlage hat den Vorteil, daß sie platzsparend und dadurch kostengünstig gebaut werden kann. Es ist ein Bau als industrielle Großanlage, die wirtschaftlich betrieben werden kann, möglich.

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung besteht die Reaktionsstrecke aus einem Statikmixer. Durch diese Ausgestaltung der Erfindung werden mit einer einfachen Einrichtung hohe bzw. starke dynamische Turbulenzen für die Umesterungsphase erzielt. Dieses Standardgerät hat sich vorteilhaft im Einsatz in der erfindungsgemäßen Anlage bewährt.

Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist der Statikmixer, vorzugsweise ein mit verschiedenen großen Kugeln gefülltes Rohr und/oder gegebenenfalls Einbauten, wie Leitbleche, Propeller, Widerstandskörper, od. dgl. auf. Dieses Gerät ist einfach im Aufbau und dadurch auch wartungsarm im Betrieb. Die Turbulenzen entstehen in erster Linie durch die rasche Strömung der Mischung um die Kugeln.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein dynamischer Emulgator vorgesehen. Da ja aus der Reaktionsstrecke eine Emulsion austreten soll, das

heißt eine Flüssigkeit die zwei Phasen aufweist, die durch die Braun'sche Molekularbewegung in Schweben gehalten werden, ist eine derartige Einrichtung bestens geeignet, daß dieses Ziel sehr rasch erreicht wird.

- 5 Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist der Emulgator ein Spaltemulgator. Diese Einrichtung hat den Vorteil, daß die Spaltbreite und/oder die Spaltlänge entsprechend den Erfordernissen frei gewählt werden kann bzw. können. Dadurch kann auch auf die nach dem Spalt erfolgenden Turbulenzen bzw. Verwirbelungen Einfluß genommen werden.
- 10 Gemäß einer weiteren Ausführungsvariante der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Turbulator vorgesehen. Auch mit einem derartigen Gerät kann in vorteilhafterweise eine Vergrößerung der Phasengrenzfläche in kurzer Zeit erzielt werden.
- 15 Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke eine Mischform eines Spaltemulgators und eines Turbulators vorgesehen, die beispielsweise aus zwei sich relativ zueinander bewegender Scheiben besteht und die Zuführung des Emulgates mittig einer Scheibe erfolgt. Der Vorteil einer derartigen Einrichtung ist darin zu sehen, daß eine äußerst kurze Reaktionszeit erreichbar ist.
- 20 Entsprechend einer weiteren Ausführungsvariante der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Kavitationsemulgator vorgesehen. Mit dieser Einrichtung ist vorteilhafterweise die kürzeste Reaktionszeit zu erreichen, ohne daß qualitative oder quantitative Einbußen hingenommen werden müssen.
- 25 Nach einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist in der Reaktionsstrecke ein Ultraschallgerät vorgesehen. Die Integrierung eines Ultraschallgerätes hat sich als vorteilhaft erwiesen, da damit durch große Grenzflächen die Umesterung gezielt beschleunigt werden kann.
- 30

Gemäß einem ganz besonderen Merkmal der Erfindung ist die Einrichtung zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Filtrationseinrichtung. Mit dieser vorteilhaften

Einrichtung ist eine Abtrennung der einzelnen Phasen der Mischung zu erreichen, wobei durch die mechanischen Einrichtungen die aus dem Stand der Technik bekannte

5 Absetzphase nicht mehr durchgeführt werden muß. Sie wird ersetzt durch Arbeitsgänge, die mit rationellen, modernen und industriellen Einrichtungen, Anlagen bzw. Geräten durchgeführt werden.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist als Filtrationseinrichtung ein

10 Oberflächenfilter in Membrantechnologie vorgesehen. Mit einer derartigen Einrichtung werden vorteilshafterweise beste Ergebnisse erzielt und zwar sowohl in qualitativer wie auch in quantitativer Hinsicht.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung besteht der Oberflächenfilter aus einem

15 porösen Trägerkörper und einer auf diesen Trägerkörper aufgebrachten Schicht, die als Membran wirkt. Mit einem solchem vorteilbehafteten Oberflächenfilter kann die Anlage mit höchster Effizienz und die Energie optimal ausnützend betrieben werden. Der Oberflächenfilter kann natürlich auch als Platte ausgeführt werden.

20 Nach einer Ausgestaltung der Erfindung ist der Trägerkörper als Rohr ausgebildet. Der Vorteil dieser Ausführung ist darin zu sehen, daß ein kontinuierlicher Verfahrensablauf auch bei unterschiedlichen Zuflußmengen gewährleistet ist.

Entsprechend einer Weiterbildung der Erfindung besteht der Trägerkörper  
25 beispielsweise aus Aluminiumoxid,porösem Glas oder Silikaten. Derartige Materialien sind relativ einfach zu bearbeiten und haben sich im Verfahren bestens bewährt.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung weist die als Membran wirkende Schicht lipophile und/oder hydrophile und /oder amphotere Eigenschaften auf. Durch

WO 99/26913

die Wahl dieser Eigenschaften kann bestimmt werden, welche Phase der Mischung durch den Filter durchtritt und welche Phase als Retendat verbleibt.

Nach einem besonderen Merkmal der Erfindung ist die als Membran wirkende Schicht 5 eine Keramikmembran, die beispielsweise aus Titandioxid, Zirkondioxid, Silizium oder Siliziumverbindungen o. dgl. besteht. Auf dieser Schicht mit den zitierten Materialien bildet sich eine Deckschicht aus Fettsäuremethylester, die beispielsweise die Glycerinphase nicht durchtreten lässt. Auf dieser Schicht aus Titandioxid bzw. Zirkondioxid bildet sich keine Glycerinschicht als Deckschicht aus.

10 Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung weist die als Membran wirkende Schicht Poren im Nano- und/oder Mikrobereich, insbesondere mit einer Größe von 1-200 nm, auf. Derartige Porengrößen sind mit den heutigen Technologien herstellbar und haben ausgezeichnete Ergebnisse geliefert.

15 Entsprechend einem weiteren Merkmal der Erfindung ist bzw. umfaßt die Filtrationseinrichtung ein Molekularsiebfilter bzw. eine Molekularsiebmembran. Mit derartigen speziellen Filtern ist überraschenderweise auch eine Trennung der nicht umgeesterten Fette vom Fettsäuremethylester möglich.

20 Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist die Filtrationseinrichtung mehrstufig ausgebildet. Entsprechend des gewünschten Reinigungsgrades des Fettsäuremethylesters können mehrere Filter in Serie oder parallel angeordnet werden.

25 Gemäß einem besonderen Merkmal der Erfindung ist der Reaktionsstrecke, gegebenenfalls nach der Einrichtung zur Trennung der Phasen, eine Destilliereinrichtung bestehend aus mindestens einem Verdampfer und einem Kondensator nachgeschaltet. Auch mit dieser erfindungsgemäßen Anlage ist es möglich das erfindungsgemäße Verfahren effizient durchzuführen.

30

WO 99/26913

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist als Verdampfer ein Fallfilmverdampfer vorgesehen. Ein derartiger Verdampfer hat den Vorteil, daß die zugeführte Wärme optimal ausgenützt wird. Auch ein Verdampfen im Vakuum ist möglich.

- 5    Gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist als Verdampfer ein Dünnschichtverdampfer vorgesehen. Auch mit einem derartigen Verdampfer ist ein Verdampfen im Vakuum möglich. Darüber hinaus werden mit einer solchen Einrichtung beste Ergebnisse erzielt.
- 10    Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist als Verdampfer ein Rotationsfilmverdampfer vorgesehen. Durch die Zentrifugalkräfte des Rotationsfilmverdampfers ist der Verdampferfilm besonders dünnsschichtig, so daß die Anlage mit höchster Effizienz und die Energie optimal ausnützend betrieben werden kann.
- 15    Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung ist der Destilliereinrichtung eine Scheideeinrichtung nachgeschaltet. Durch den Einsatz einer Scheideeinrichtung können die Rückstände, wie beispielsweise Glycerin einfach erfaßt und die Qualität bestimmt werden. Entsprechend der festgestellten Qualität wird die weitere Vorgangsweise 20    festgelegt.
- 25    Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung ist der Einrichtung zum Trennen der Phasen des Emulgates eine Scheideeinrichtung nachgeschaltet. Durch den Einsatz einer Scheideeinrichtung können die Rückstände, wie beispielsweise Glycerin einfach erfaßt und die Qualität bestimmt werden. Entsprechend der festgestellten Qualität wird die weitere Vorgangsweise 20    festgelegt.

- 30    Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung ist die Scheideeinrichtung mit der Verbindungsleitung vom Behälter der Fette zur Reaktionsstrecke verbunden. Sollte bei der Analyse der in der Scheideeinrichtung befindlichen Stoffe festgestellt werden, daß

WO 99/26913

noch nicht umgeesterte Fette vorhanden sind, werden diese einer weiteren Umesterung unterworfen. Die Ausbeute wird entsprechend erhöht.

Gemäß einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung ist zum Einbringen der Flüssigkeit in die Reaktionsstrecke eine Pumpe, insbesondere eine Hochdruckpumpe vorgesehen. Die Integration einer Hochdruckpumpe hat sich vorteilhafterweise deshalb bewährt, da die Turbulenzen für die Umesterung eine hohe Dynamik und damit eine große Grenzfläche erzielen.

5 Nach einer Weiterbildung der Erfindung verdampft das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor. Durch diesen Schritt wird der Methylester methanolfrei gemacht.

10

Die Erfindung wird an Hand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 ein Fließschema des Verfahrensablaufes mit einer Destilliereinrichtung und Fig. 2 ein Fließschema des Verfahrensablaufes mit einer Filtrationseinrichtung.

15

20 Einführend sei festgehalten, daß in der beschriebenen Ausführungsform gleiche Teile bzw. Zustände mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen versehen werden, wobei die in der gesamten Beschreibung enthaltenen Offenbarungen sinngemäß auf gleiche Teile bzw. Zustände mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen übertragen werden können. Weiters können auch

25 Einzelmerkmale aus dem gezeigten Ausführungsbeispiel für sich eigenständige, erfindungsgemäße Lösungen darstellen.

Gemäß der Fig. 1 beinhaltet der Behälter 1 höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist ein Vorratsbehälter 2 für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein weiterer Vorratsbehälter 3 für

den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter 4 erfolgt. Zur Mischung der Lauge im Alkohol ist im Mischbehälter 4 ein Mischer 5 angeordnet. In den Zuleitungen 6 der Vorratsbehälter 2, 3 sind entsprechende Steuerventile 7 vorgesehen. Der Behälter 1 mit den Fetten und der Mischbehälter 4 sind über Verbindungsrohre 9 bzw. 10 mit der Umesterungsstrecke 8 verbunden. In den Verbindungsrohren 9 bzw. 10 sind weitere Steuerventile 7 angeordnet und zum Einbringen der Fette bzw. der Lösung in die Umesterungsstrecke 8 ist eine Hochdruckpumpe 11 vorgesehen.

5

10 Die Umesterungs- bzw. Reaktionsstrecke 8 besteht aus einem Statikmixer 12, der in diesem Fall aus einem Rohr 13 gebildet ist, das mit verschiedenen großen Kugeln 14 gefüllt ist. In dem Rohr 13 können auch weitere Einbauten, wie Leitbleche, Propeller, od. dgl. angeordnet sein. Der Statikmixer 12 verwirbelt die vom Dreifachester zum Einfachester umzuesternde Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert. Dies erfolgt dadurch, daß die Tropfengröße der umzuesternden Flüssigkeit durch die Turbulenzen stark verkleinert werden und so die Oberfläche stark vergrößert wird. Da die Umesterung eine Grenzflächenreaktion ist, wird durch die vergrößerte Oberfläche die Reaktionsgeschwindigkeit entsprechend erhöht, so daß sich das chemische Gleichgewicht sehr rasch einstellt.

15

20

25

Um nun die Reaktionszeit noch weiter zu beeinflussen, wird der Prozeßablauf bei bestimmten Temperaturen durchgeführt bzw. beginnt der Prozeßablauf mit hohem Druck, der im Zuge des Prozesses abgebaut wird. Die Vergrößerung der Phasengrenzflächen könnte aber auch über Ultraschall erfolgen. Es ist daher durchaus denkbar, daß die Reaktionsstrecke mit einem Ultraschallgerät versehen wird.

WO 99/26913

Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird über eine Leitung 17 einer Destilliereinrichtung 15 zugeführt. Gegebenenfalls kann vor der Destilliereinrichtung 15 in der Leitung 17 eine Einrichtung 16 zur Entfernung von Methanol, beispielsweise ein Fallfilmverdampfer, vorgesehen werden.

5

Die Destilliereinrichtung 15 besteht mindestens aus einem Verdampfer und einem Kondensator, wobei die Destilliereinrichtung 15 als Vakuumdestillation ausgestaltet ist. Entsprechend den Stufen 18 der Destilliereinrichtung 15 werden die einzelnen Stoffe, wie eben der Fettsäremethylester, abgezogen.

10

Natürlich können die verschiedensten Verdampfer Anwendung finden. So können beispielsweise Fallfilmverdampfer, Dünnschichtverdampfer, Rotationsfilmverdampfer od. dgl. Verwendung finden. Darüber hinaus umfaßt die Destilliereinrichtung 15 auch eine fraktionierte Kondensation. Durch die Ausbildung der Destilliereinrichtung 15 kann der Reinheitsgrad des Fettsäremethylesters beeinflußt werden.

15

Die nicht umgeesterten Anteile werden separiert und in einer Scheideeinrichtung 19, die über eine Leitung 20 mit der Destilliereinrichtung 15 verbunden ist, gesammelt. Zum Einbringen dieser Anteile in die Scheideeinrichtung 19 ist in der Leitung 20 eine Pumpe 21 vorgesehen. In der Scheideeinrichtung 19 werden diese Anteile analysiert und entsprechend weiterverarbeitet. Gegebenenfalls wird ein Teil des nicht umgeesterten Anteiles über die Leitung 22, die eine Pumpe 23 aufweist, wieder den Fetten vor der Reaktionsstrecke 8 zugeführt. Bestimmte Anteile werden aus der Scheideeinrichtung 19 über eine Ausbringvorrichtung 24 abgezogen.

25

Gemäß der Fig.2 beinhaltet der Behälter 1 wieder höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Ferner ist auch wieder ein Vorratsbehälter 2 für eine starke Lauge, insbesondere für eine Kalilauge, und ein weiterer Vorratsbehälter 3 für den Alkohol, insbesondere für Methanol vorgesehen. Die Lauge wird in Alkohol gelöst, wobei dieser Vorgang im Mischbehälter 4 erfolgt. Zur

30

Mischung der Lauge im Alkohol ist im Mischbehälter 4 ein Mischer 5 angeordnet. In den Zuleitungen 6 der Vorratsbehälter 2, 3 sind entsprechende Steuerventile 7 vorgesehen. Der Behälter 1 mit den Fetten und der Mischbehälter 4 sind über Verbindungsrohre 9 bzw. 10 mit der Umesterungsstrecke 8 verbunden. In den 5 Verbindungsrohren 9 bzw. 10 sind weitere Steuerventile 7 angeordnet und zum Einbringen der Fette bzw. der Lösung in die Umesterungsstrecke 8 ist eine Hochdruckpumpe 11 vorgesehen.

Die Umesterungs- bzw. Reaktionsstrecke 8 besteht aus einem dynamischen Emulgator 10 25, der in diesem Fall aus einem gewendelten Rohr 26 gebildet ist, das mit verschiedenen großen Kugeln gefüllt ist. In dem Rohr 26 können auch wieder weitere Einbauten, wie Leibleche, Propeller, Widerstandskörper od. dgl. angeordnet sein. Der Emulgator 25 verwirbelt die vom Dreifachester zum Einfachester umzuesternde Flüssigkeit durch hohe bzw. starke Turbulenzen. Dadurch werden die 15 Phasengrenzflächen sehr stark vergrößert. Dies erfolgt dadurch, daß die Tropfengröße der umzuesternden Flüssigkeit durch die Turbulenzen stark verkleinert werden und so die Oberfläche stark vergrößert wird. Da die Umesterung eine Grenzflächenreaktion ist, wird durch die vergrößerte Oberfläche die Reaktionsgeschwindigkeit entsprechend erhöht, so daß sich das chemische Gleichgewicht sehr rasch einstellt.

20 Statt des dynamischen Emulgator 25 könnte auch ein Spaltemulgator oder ein Turbulator bzw. eine Mischform von Spaltemulgator und Turbulator oder auch ein Kavitationsemulgator vorgesehen sein. Natürlich wäre es auch denkbar zwei oder mehrere Emulgatoren in Serie oder parallel vorzusehen. Die Vergrößerung der 25 Phasengrenzflächen könnte aber auch über Ultraschall erfolgen. Es ist daher durchaus denkbar, daß die Reaktionsstrecke mit einem Ultraschallgerät versehen wird.

Um nun die Reaktionszeit noch weiter zu beeinflussen, wird der Prozeßablauf bei bestimmten Temperaturen, beispielsweise 40-70° C, durchgeführt bzw. beginnt der 30 Prozeßablauf mit hohem Druck, der vorzugsweise im Zuge des Prozesses abgebaut

wird. Es könnte aber auch ein Temperaturbereich gewählt werden, in dem das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor verdampft und durch diesen Schritt der Methylester methanolfrei gemacht wird.

- 5     Die sich im chemischen Gleichgewicht befindliche Flüssigkeit wird über eine Leitung 17 einer Einrichtung 27 zum Trennen der Phasen der Mischung zugeführt. Gegebenenfalls kann vor der Einrichtung 27 in der Leitung 17 eine Einrichtung 28 zur Anzeige des Druckes vorgesehen werden.
- 10    Die Einrichtung 27 besteht mindestens aus einer Filtrationseinrichtung 29. Entsprechend der Ausbildung der Einrichtung 27 werden die einzelnen Phasen, wie eben der Fettsäuremethylester, abgetrennt und an der Ausbringstelle 30 abgezogen. Die Glycerin-Phase kann an der Ausbringstelle 31 zu ihrer weiteren Verwendung entnommen werden.
- 15    Durch die Ausbildung der Filtrationseinrichtung 29 kann der Reinheitsgrad des Fettsäuremethylesters beeinflußt werden. Natürlich könnte auch der Fettsäuremethylester in einer nachgeschalteten Einrichtung zur Reinigung 32 weiterbehandelt werden. Ebenso ist es denkbar, daß die Filtrationseinrichtung 29 ein Molekularsiebfilter umfaßt.
- 20    Die Filtrationseinrichtung 29 ist ein Oberflächenfilter, das in Membrantechnologie hergestellt ist und aus einem porösen Trägerkörper, beispielsweise aus Aluminiumoxid, der als Rohr ausgebildet ist und einer auf den Trägerkörper aufgebrachten Schicht, beispielsweise eine Titandioxidschicht, besteht. Die Schicht kann amphotere Eigenschaften aufweisen, wobei die Porengröße im Nanobereich liegt.
- 25    Die nicht umgeesterten Anteile werden separiert und in einer Scheideeinrichtung 19, die über eine Leitung 20 mit der Destilliereinrichtung 15 verbunden ist, gesammelt. Zum Einbringen dieser Anteile in die Scheideeinrichtung 19 ist in der Leitung 20 eine Pumpe 30 21 vorgesehen. In der Scheideeinrichtung 19 werden diese Anteile analysiert und

entsprechend weiterverarbeitet. Gegebenenfalls wird ein Teil des nicht umgeesterten Anteiles über die Leitung 22, die eine Pumpe 23 aufweist, wieder den Fetten vor der Reaktionsstrecke 8 zugeführt. Bestimmte Anteile werden aus der Scheideeinrichtung 19 über eine Ausbringvorrichtung 24 abgezogen.

5

Abschließend sei der Ordnung halber darauf hingewiesen, daß in der Zeichnung einzelne Bauteile und Baugruppen zum besseren Verständnis der Erfindung unpropotional und maßstäblich verzerrt dargestellt sind.

- 10 Es können auch einzelne Merkmale des Ausführungsbeispiels mit anderen Einzelmerkmalen oder jeweils für sich alleine den Gegenstand von eigenständigen Erfindungen bilden. Vor allem können die einzelnen in der Fig. gezeigten Ausführungen den Gegenstand von eigenständigen erfindungsgemäßen Lösungen bilden. Die diesbezüglichen erfindungsgemäßen Aufgaben und Lösungen sind den detaillierten Beschreibungen dieser Figuren zu entnehmen.
- 15

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von Fettsäuremethylester, insbesondere Dieselkraftstoff
  - 5    • für Fahrzeuge, wobei höhere, gesättigte und ungesättigte Fette pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs mit einer Lösung von starken Laugen, insbesondere Kalilauge, in Alkohol, insbesondere in Methanol, versetzt werden und die beiden Komponenten in einer Reaktionsstrecke durch Emulgierung der Mischung über eine Grenzflächenreaktion, wobei die Fette in Fettsäuremethylester umgeestert werden, 10    ihren chemischen Gleichgewichtszustand erreichen und nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes die Rückstände, wie Triglyceride, Glycerin, Seife, nicht umgeesterte Fette u. dgl., vom Fettsäuremethylester getrennt werden, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) die Phasengrenzflächen der Mischung durch hohe bzw. starke, dynamische Turbulenzen vergrößert werden.
- 15    2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch physikalische Kräfte, beispielsweise mechanische Scherkräfte erzeugt, werden.
- 20    3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch einen Spaltemulsionsvorgang erzeugt werden.
- 25    4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch dynamische Emulgierung, beispielsweise über einen Turbulator, erzeugt werden.
- 30    5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die hohen bzw. starken dynamischen Turbulenzen durch Kavitationsemulgation erzeugt werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die großen Phasengrenzflächen durch Ultraschall erzeugt werden.
7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,  
5 daß die Umesterung unter hohem Druck durchgeführt wird.
8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Umesterung unter hohem Druck beginnt und der Druck während der  
Umesterung abgebaut wird.
- 10 9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Trennung der Phasen des Emulgates auf physikalischem Weg durchgeführt  
wird.
- 15 10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet,  
daß nach der Trennung der Phasen des Emulgates eine Reinigung (32) des  
Fettsäuremethylesters durchgeführt wird.
11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet,  
20 daß die Trennung der Phasen des Emulgates unter Ausnutzung der  
Oberflächenkräfte, insbesondere über eine Filtration durchgeführt wird.
12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Trennung der Phasen des Emulgates über eine mehrstufige Filtration  
25 durchgeführt wird.
13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet,  
daß zur Filtrierung Filter aus der Membrantechnologie, beispielsweise aus dem  
Ultra- und/oder Nano- und/oder Mikrobereich, eingesetzt werden.

WO 99/26913

14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet,  
daß lipophile und/oder hydrophile und/oder amphotere Filter eingesetzt werden.
15. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Trennung der Phasen des Emulgates auf chemischem Weg durchgeführt  
wird.
16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet,  
daß nach Einstellung des Gleichgewichtes, gegebenenfalls nach der Trennung der  
Phasen des Emulgates, eine mehrstufige Destillation durchgeführt wird.
17. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet,  
daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Vakuumdestillation umfaßt.
18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet,  
daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine  
Fallfilmverdampfung umfaßt.
19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet,  
daß die mehrstufige Destillation mindestens eine Verdampfung, insbesondere eine  
Dünnenschichtverdampfung umfaßt.
20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet,  
daß die mehrstufige Destillation eine fraktionierte Kondensation umfaßt.
21. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet,  
daß die nicht umgeesterten Anteile separiert und vor der Reaktionsstrecke (8) den  
Fetten wieder zugeführt werden.

22. Anlage zur Durchführung des Verfahrens nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Behälter (1) für die Fette sowie je ein Vorratsbehälter (2,3) für die starke Lauge und für den Alkohol bzw. 5 mindestens ein Mischbehälter (4) für deren Lösung vorgesehen sind und mindestens der Behälter (1) und der Mischbehälter (4) mit der Reaktionsstrecke (8) verbunden sind und daß der Reaktionsstrecke (8) eine Einrichtung (27) zur Trennung der Phasen des Emulgates nachgeschaltet ist.

10 23. Anlage nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionsstrecke aus einem Statikmixer besteht.

15 24. Anlage nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß der Statikmixer, vorzugsweise ein mit verschiedenen großen Kugeln gefülltes Rohr (26) und/oder gegebenenfalls Einbauten wie Leibleche, Propeller, Widerstandskörper, od. dgl. aufweist.

20 25. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) ein dynamischer Emulgator (25) vorgesehen ist.

25 26. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator (25) ein Spaltemulgator ist.

25 27. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Turbulator vorgesehen ist.

28. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß in der Reaktionsstrecke (8) eine Mischform eines Spaltemulgators und eines Turbulators vorgesehen ist, die beispielsweise aus zwei sich relativ zueinander

bewegender Scheiben besteht und die Zuführung des Emulgates mittig einer Scheibe erfolgt.

29. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 28, dadurch gekennzeichnet,  
5 daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Kavitationsemulgator vorgesehen ist.
30. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 29, dadurch gekennzeichnet,  
daß in der Reaktionsstrecke (8) ein Ultraschallgerät vorgesehen ist.
- 10 31. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 30, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtung (27) zum Trennen der Phasen des Emulgates eine  
Filtrationseinrichtung (29) ist.
- 15 32. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 31, dadurch gekennzeichnet,  
daß als Filtrationseinrichtung (29) ein Oberflächenfilter in Membrantechnologie  
vorgesehen ist.
- 20 33. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 32, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Oberflächenfilter aus einem porösen Trägerkörper und einer auf diesen  
Trägerkörper aufgebrachten Schicht, die als Membran wirkt, besteht.
34. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 33, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Trägerkörper als Rohr ausgebildet ist.
- 25 35. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 34, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Trägerkörper beispielsweise aus Aluminiumoxid, porösem Glas oder  
Silikaten besteht.

WO 99/26913

36. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 35, dadurch gekennzeichnet,  
daß die als Membran wirkende Schicht lipophile und/oder hydrophile und /oder  
amphotere Eigenschaften aufweist.
- 5 37. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 36, dadurch gekennzeichnet,  
daß die als Membran wirkende Schicht eine Keramikmembran ist, die  
beispielsweise aus Titandioxid, Zirkondioxid, o. dgl. besteht.
- 10 38. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 37, dadurch gekennzeichnet,  
daß die als Membran wirkende Schicht Poren im Nano- und/oder Mikrobereich,  
insbesondere mit einer Größe von 5-200 nm, aufweist.
- 15 39. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 38, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Filtrationseinrichtung (29) ein Molekularsiebfilter bzw. eine  
Molekularsiebmembran ist bzw. umfaßt.
40. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 39, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Filtrationseinrichtung (29) mehrstufig ausgebildet ist.
- 20 41. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 40, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Reaktionsstrecke (8), gegebenenfalls nach der Einrichtung zur Trennung der  
Phasen, eine Destilliereinrichtung (15) bestehend aus mindestens einem Verdampfer  
und einem Kondensator nachgeschaltet ist.
- 25 42. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 41, dadurch gekennzeichnet,  
daß als Verdampfer ein Fallfilmverdampfer vorgesehen ist.
43. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 42, dadurch gekennzeichnet,  
daß als Verdampfer ein Dünnschichtverdampfer vorgesehen ist.

44. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 43, dadurch gekennzeichnet,  
daß als Verdampfer ein Rotationsfilmverdampfer vorgesehen ist.

45. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 44, dadurch gekennzeichnet,  
daß Destilliereinrichtung (15) eine Scheideeinrichtung (19) nachgeschaltet ist.

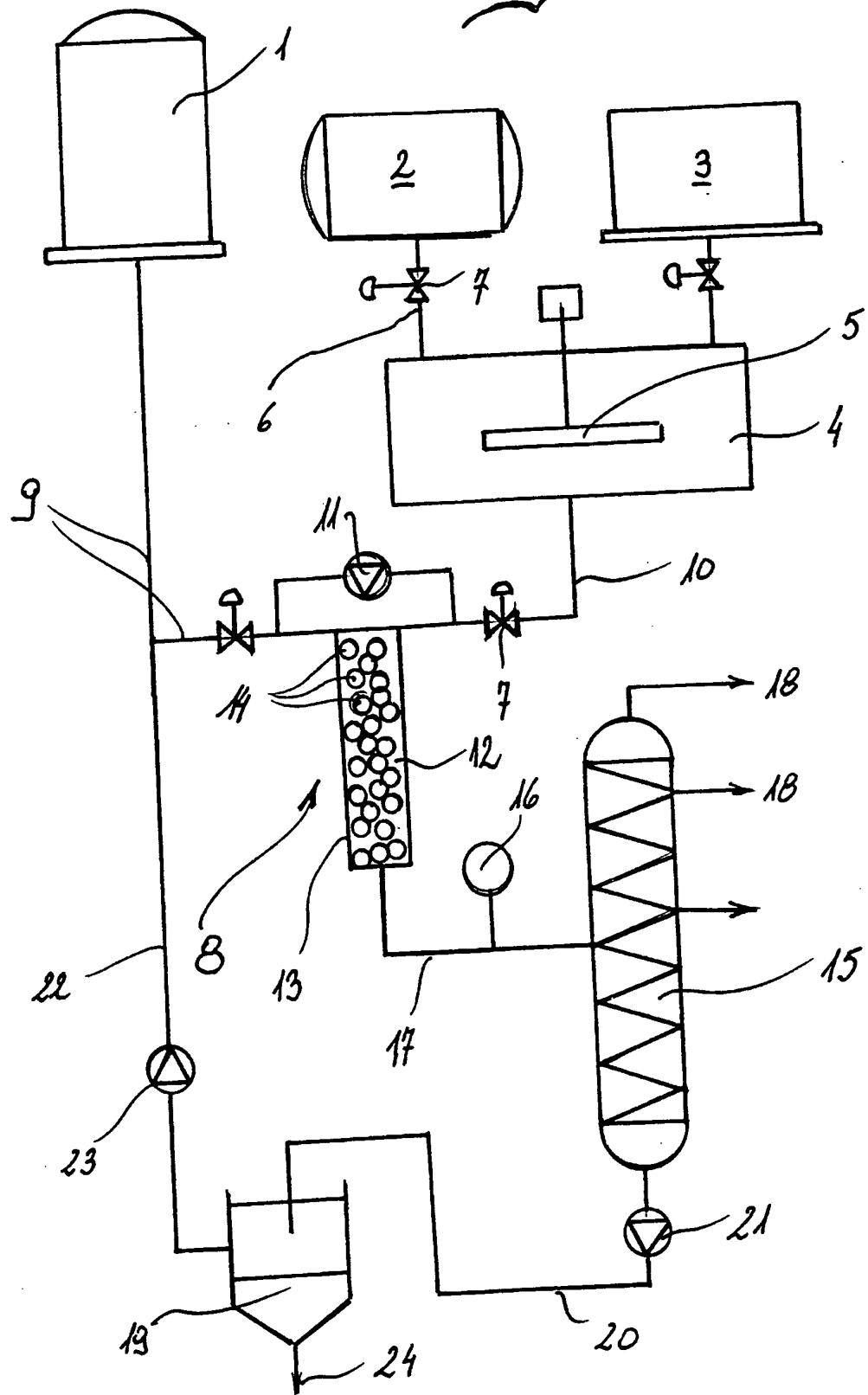
5                  46. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 45, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Einrichtung (27) zum Trennen der Phasen des Emulgates eine  
Scheideeinrichtung (19) nachgeschaltet ist.

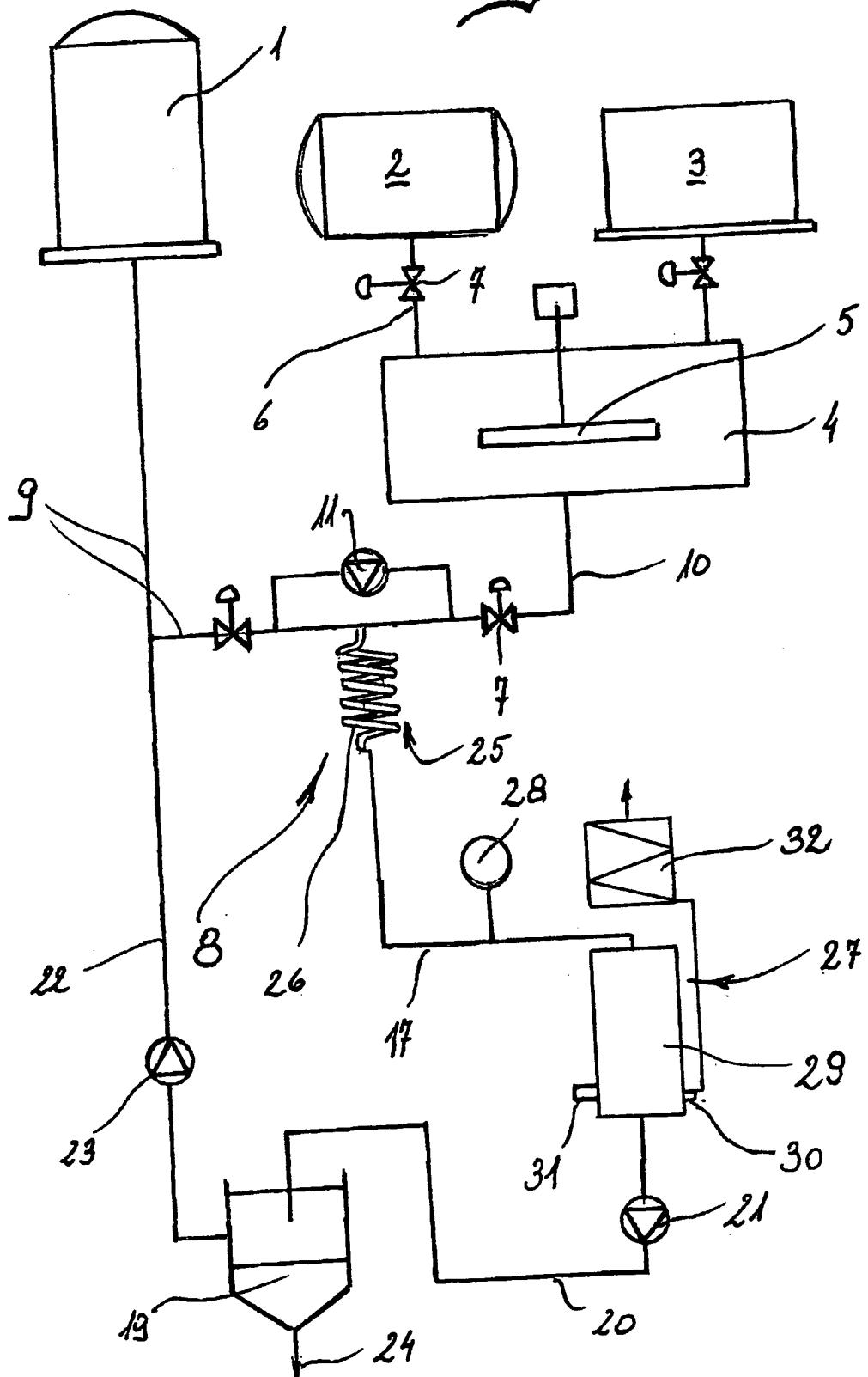
10                47. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 46, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Scheideeinrichtung (19) mit der Verbindungsleitung (9) vom Behälter (1)  
der Fette zur Reaktionsstrecke (8) verbunden ist.

15                48. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 47, dadurch gekennzeichnet,  
daß zum Einbringen der Flüssigkeit in die Reaktionsstrecke (8) eine Pumpe (11),  
insbesondere eine Hochdruckpumpe vorgesehen ist.

20                49. Anlage nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 48, dadurch gekennzeichnet,  
daß das überschüssige Methanol in einem Entspannungsreaktor verdampft.

Fig. 1



*Fig. 2*

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/AT 98/00284

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 C07C67/03 C07C69/52 B01J19/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 C07C B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 523 767 A (METALLGESELLSCHAFT A.G.) 20 January 1993 see page 2, column 1, line 10 - line 35 see page 4, column 5 - column 6; claims see figure ----	1
A	WO 92 00268 A (VOGEL & NOOT INDUSTRIEANLAGENBAU GESELLSCHFT M.B.H.) 9 January 1992 see page 10 - page 11; claims ----	1
A	EP 0 041 204 A (HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN) 9 December 1981 see page 3, line 6 - line 19 see page 4, line 4 - line 33 see page 9 - page 10; claims see figure 1 -----	1

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

22 February 1999

08/03/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Kinzinger, J

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Int'l. Application No.

PCT/AT 98/00284

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 523767	A 20-01-1993	DE 4123928 A AT 131469 T DE 59204655 D DK 523767 T ES 2083068 T	21-01-1993 15-12-1995 25-01-1996 29-01-1996 01-04-1996
WO 9200268	A 09-01-1992	AT 394374 B AT 138690 A AU 641525 B AU 8074291 A BG 60163 A CA 2065306 A CS 9200587 A EP 0489883 A HU 209912 B RU 2058298 C US 5399731 A	25-03-1992 15-09-1991 23-09-1993 23-01-1992 15-11-1993 30-12-1991 14-10-1992 17-06-1992 28-11-1994 20-04-1996 21-03-1995
EP 41204	A 09-12-1981	DE 3020566 A JP 1014901 B JP 1531665 C JP 57024327 A	10-12-1981 14-03-1989 24-11-1989 08-02-1982

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int. nationales Aktenzeichen  
PCT/AT 98/00284

A. KLASSEFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 6 C07C67/03 C07C69/52 B01J19/00

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprässtoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 6 C07C B01J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprässtoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 523 767 A (METALLGESELLSCHAFT A.G.) 20. Januar 1993 siehe Seite 2, Spalte 1, Zeile 10 - Zeile 35 siehe Seite 4, Spalte 5 - Spalte 6; Ansprüche siehe Abbildung ---	1
A	WO 92 00268 A (VOGEL & NOOT INDUSTRIEANLAGENBAU GESELLSCHAFT M.B.H.) 9. Januar 1992 siehe Seite 10 - Seite 11; Ansprüche ---	1 -/-

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kolidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindender Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindender Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

22. Februar 1999

08/03/1999

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Kinzinger, J

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/AT 98/00284

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie <sup>3</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 041 204 A (HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN) 9. Dezember 1981 siehe Seite 3, Zeile 6 - Zeile 19 siehe Seite 4, Zeile 4 - Zeile 33 siehe Seite 9 - Seite 10; Ansprüche siehe Abbildung 1 -----	1

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Int. nales Aktenzeichen  
PCT/AT 98/00284

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 523767	A 20-01-1993	DE 4123928 A AT 131469 T DE 59204655 D DK 523767 T ES 2083068 T	21-01-1993 15-12-1995 25-01-1996 29-01-1996 01-04-1996
WO 9200268	A 09-01-1992	AT 394374 B AT 138690 A AU 641525 B AU 8074291 A BG 60163 A CA 2065306 A CS 9200587 A EP 0489883 A HU 209912 B RU 2058298 C US 5399731 A	25-03-1992 15-09-1991 23-09-1993 23-01-1992 15-11-1993 30-12-1991 14-10-1992 17-06-1992 28-11-1994 20-04-1996 21-03-1995
EP 41204	A 09-12-1981	DE 3020566 A JP 1014901 B JP 1531665 C JP 57024327 A	10-12-1981 14-03-1989 24-11-1989 08-02-1982